



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

11 Veröffentlichungsnummer:

0023588
A1

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 80103877.9

51 Int. Cl. 3: C01F 7/30, C01B 13/18,
C04B 35/10, C04B 43/00,
C01G 1/02

22 Anmeldetag: 08.07.80

30 Priorität: 03.08.79 DE 2931585

71 Anmelder: Degussa Aktiengesellschaft, Degussa AG
Fachbereich Patente Rodenbacher
Chaussee 4 Postfach 1345, D-6450 Hanau 1 (Stadtteil
Wolfgang) (DE)

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung: 11.02.81
Patentblatt 81/6

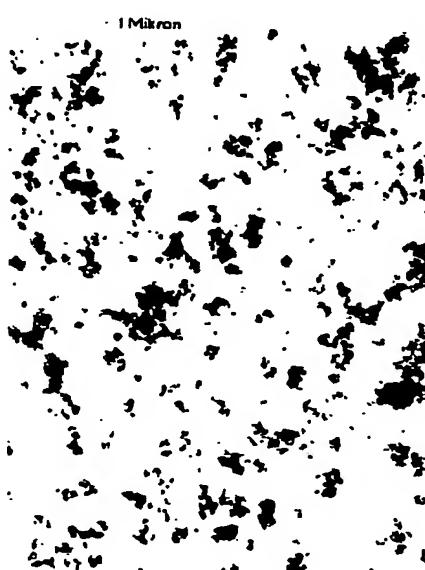
72 Erfinder: Kleinschmit, Peter, Dr., Wildaustrasse 19,
D-6450 Hanau 9 (DE)
Erfinder: Schwarz, Rudolf, Dr., Taunusstrasse 2,
D-6755 Alzenau (DE)

54 Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH DE FR GB IT LI LU
NL SE

55 Temperaturstabilisiertes, pyrogen hergestelltes Aluminiumoxid-Mischoxid, das Verfahren zu seiner Herstellung und
Verwendung.

57 Temperaturstabilisiertes, pyrogen hergestelltes Aluminiumoxid-Mischoxid mit einer BET-Oberfläche von 50 bis
200 m²/g, welches 0,5 bis 20 Gew.-% Siliciumdioxid als
Bestandteil enthält und aufgrund dieses Bestandteiles erst
bei 1350°C einer Umwandlung in die α -Al₂O₃-Phase unter-
liegt.

Das temperaturstabilisierte Aluminiumoxid-Mischoxid
eignet sich zur Herstellung von Wärmedämmmassen.



EP 0023588 A1

ACTORUM AG

BEST AVAILABLE COPY

01

- 1 -

05

Degussa Aktiengesellschaft
6000 Frankfurt am Main 1

10

Temperaturstabilisiertes, pyrogen hergestelltes
Aluminiumoxid-Mischoxid, das Verfahren zu seiner
Herstellung und Verwendung.

15

Gegenstand der Erfindung ist ein temperaturstabilisier-
tes, pyrogen hergestelltes Aluminiumoixd-Mischoxid mit
einer BET-Oberfläche von 50 bis 200 m²/g, welches 0,5
bis 20 Gew.-% Siliciumdioxid als Bestandteil des Misch-
20 oxides enthält.

25

In einer bevorzugten Ausführungsform enthält das Alu-
miniumoxid-Mischoxid 0,6 bis 14,5 Gew.-% Siliciumdi-
oxid.

30

Das erfindungsgemäße Aluminiumoxid-Mischoxid kann bis
auf 1 325°C erhitzt werden, ohne das eine Phasenumwand-
lung in α -Al₂O₃ erfolgt, wogegen sich nicht stabili-
siertes Al₂O₃, bereits zwischen 1 175 und 1 200°C in die
alpha-Modifikation umlagert.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfah-
ren zur Herstellung des temperaturstabilisierten Alu-
miniumoxid-Mischoxides mit einer BET-Oberfläche von

35

05 50 bis 200 m²/g, welches 0,5 bis 20 Gew.-% Siliciumdioxid als Bestandteil des Mischoxides enthält, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man wasserfreies Aluminiumchlorid verdampft, zusammen mit Luft in die Mischkammer eines bekannten Brenners überführt, dort 10. mit Wasserstoff und Siliciumtetrachlorid in einem derartigen Verhältnis, das das entsprechend zusammengesetzte Aluminiumoxid-Mischoxid ergibt, vermischt, das 4-Komponentengemisch in einer Reaktionskammer verbrennt, danach das entstandene feste Aluminiumoxid-Mischoxid von den gasförmigen Reaktionsprodukten abtrennt und gegebenenfalls durch Erhitzen in feuchter Luft von anhaftendem Chlorwasserstoff befreit.

20 Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung des temperaturstabilisierten Aluminiumoxid-Mischoxides zur Herstellung von Wärmedämm-Materialien und -Mischungen.

25 Der erfindungsgemäße Gegenstand wird anhand der folgenden Beispiele näher erläutert und beschrieben:

Beispiel 1 (Vergleichsbeispiel für undotiertes Aluminiumoxid)

30 4 kg wasserfreies Aluminiumchlorid werden pro Stunde zusammen mit 8,35 Nm³ Luft in die Mischkammer eines Brenners bekannter Bauart übergeführt, in die gleichzeitig 1,4 m³/h Wasserstoff eingeleitet werden. Das Dampf/Gasmisch strömt mit einer Geschwindigkeit von 35 ca. 40 m/sec aus der Brennermündung und brennt in

05 eine Reaktionskammer. Danach werden die Reaktionsprodukte in einem Kühlsystem auf etwa 130°C abgekühlt, das gebildete Al_2O_3 , mit einer Primärteilchengröße von 7 nm in Zylindern oder in einem Filter bekannter Konstruktion abgeschieden und gegebenenfalls nachentsäuert. Das abgeschiedene Al_2O_3 , 1a-10 gert sich durch Glühung zwischen 1 175 und 1 200°C unter starker Vergrößerung der Primärteilchendurchmesser (> 100 nm) in die γ -Modifikation um. Dabei nimmt die Schütteldichte des Materials um das 6-fache von 55 g/l auf 323 g/l zu. Während das ungeglühte, 15 nicht umgewandelte Ausgangsprodukt in loser, mit 15 g/cm² beschwerter Schüttung eine Wärmeleitfähigkeit von $1,6 \times 10^{-2}$ W/m . °K bestimmt nach DIN 52 616 aufweist, besitzt es nach der Glühung auf 1 200°C, d.h. nach der Phasenumwandlung, eine Leitfähigkeit 20 von $13,4 \times 10^{-2}$ W/m . °K und ist damit als Wärmedämmmittel nicht mehr einsetzbar.

25 Die REM-Aufnahme Nr. 1 zeigt das bei 1 175°C und die REM-Aufnahme Nr. 2 das bei 1 200°C geäuglückte, vergrößerte Produkt.

Beispiel 2

30 Man verfährt wie unter Beispiel 1 angegeben, leitet jedoch zusätzlich 100 g Siliciumtetrachlorid-Dampf in die Mischkammer des Brenners ein. Das abgetrennte Aluminiumoxid-Mischoxid hat nach der Abscheidung 35 einen SiO_2 -Gehalt von 2,5 %, eine spezifische Ober-

05 von $150 \text{ m}^2/\text{g}$ und einen mittleren Teilchendurchmes-
ser von 7 nm. Bei der Glühung lagert sich dieses
Produkt zwischen 1 325 und 1 350°C unter weitgehen-
dem Verlust der spezifischen Oberfläche ($< 10 \text{ m}^2/\text{g}$)
und erheblicher Teilchenvergrößerung in die α -Modi-
fikation bzw. in Silimanit um. Die Schüttdichte be-
trägt vor der Glühung $53 \text{ m}^2/\text{g}$.

15 Die Bewertung der Stabilität bei der Glühung ist
bei dem Aluminiumoxid-Mischoxid relativ einfach
und mit geringem Aufwand verbunden. Denn die Kristall-
phase ändert sich innerhalb einer Spanne von 25°C,
womit ein spontaner Zusammenbruch der BET-Oberfläche
und ein steiler Anstieg der Teilchengröße verbunden
ist.

20 Das Produkt, das in der beschriebenen Weise durch
Dotierung mit 2,5 % Siliciumdioxid phasenstabilis-
siert wurde, besitzt auch nach der mehrstündigen
Glühung selbst auf über 1 300°C eine relativ wenig
25 veränderte Schüttdichte von 98 g/l. Seine Wärme-
leitfähigkeit in loser Schüttung und einer Beschwe-
rung von 15 g/cm^2 beträgt zum Beispiel nach einer
5-stündigen Glühung bei 1 300°C nur $2,6 \times 10^{-2} \text{ W/M.}^\circ\text{K}$,
wodurch deutlich wird, daß es sich in diesem Tempe-
30 raturbereich noch hervorragend als Wärmedämmstoff
bzw. für die Herstellung von wärmedämmenden Mischun-
gen eignet.

35 Die REM-Aufnahme Nr. 3 zeigt das bei 1 300°C geäglühte
Produkt.

01

- 1 -

79 178 FH
0023588

05

Degussa Aktiengesellschaft
6000 Frankfurt am Main 1

10

Temperaturstabilisiertes, pyrogen hergestelltes Aluminium-
oxid-Mischoxid, das Verfahren zu seiner Herstellung
und Verwendung

15

Patentansprüche

20

1. Temperaturstabilisiertes, pyrogen hergestelltes Alu-
miniumoxid-Mischoxid mit einer BET-Oberfläche von
50 bis 200 m²/g, welches 0,5 bis 20 Gew.-% Silicium-
dioxid als Bestandteil des Mischoxides enthält.

25

2. Verfahren zur Herstellung des temperaturstabilisierten,
pyrogen hergestellten Aluminiumoxid-Mischoxides mit
einer BET-Oberfläche von 50 bis 200 m²/g, welches
0,5 bis 20 Gew.-% Siliciumdioxid als Bestandteil
des Mischoxides enthält, dadurch gekennzeichnet,
daß man wasserfreies Aluminiumchlorid verdampft,
zusammen mit Luft in die Mischkammer eines bekannten
Brenners überführt, dort mit Wasserstoff und Sili-
ciumtetrachlorid in einem derartigen Verhältnis, das
das entsprechend zusammengesetzte Aluminiumoxid-
Mischoxid ergibt, vermischt, das 4-Komponentenge-

30

35

01

- 2. -

05 misch in einer Reaktionskammer verbrennt, danach das entsprechende feste Aluminiumoxid-Mischoxid von den gasförmigen Reaktionsprodukten abtrennt und gegebenenfalls durch Erhitzen in feuchter Luft von anhaltendem Chlorwasserstoff befreit.

10 3. Verwendung des temperaturstabilisierten, pyrogen hergestellten Aluminiumoxid-Mischoxides gemäß Anspruch 1 zur Herstellung von Wärmedämm-Materialien und -Mischungen.

15

PAT/Dr.We-Eh

1.Aug.1979

20

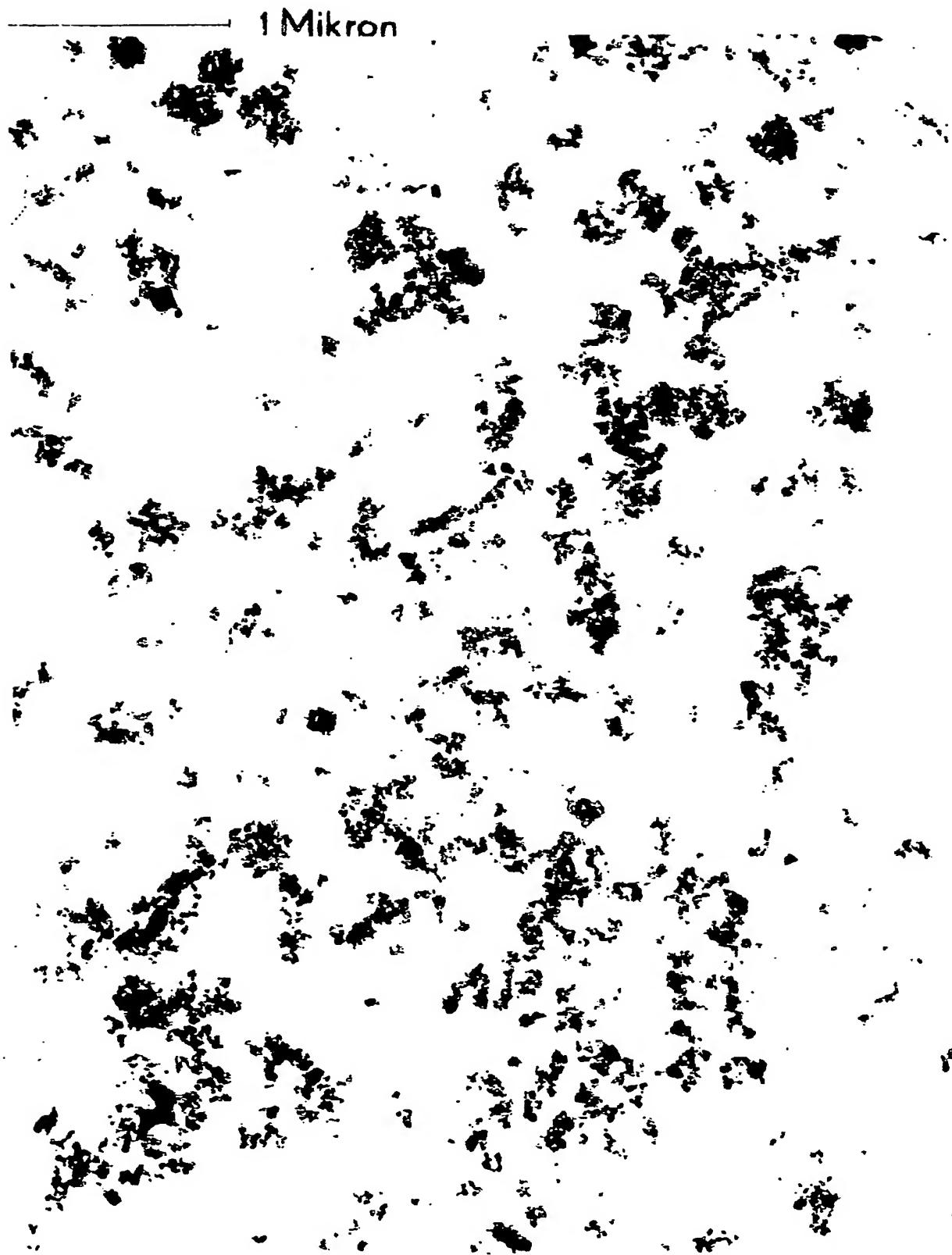
25

30

35

0023588

FIG. 1/3

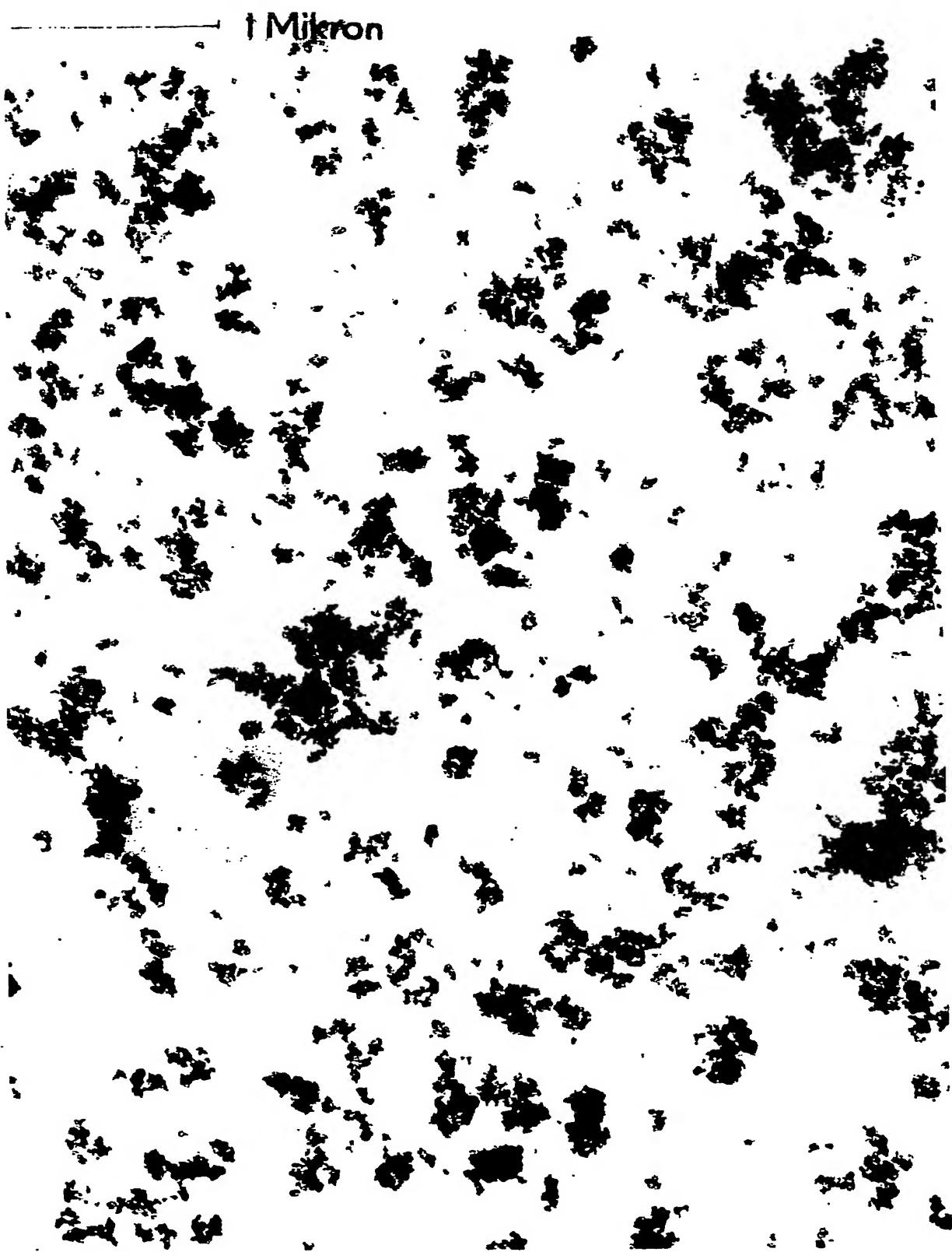


0023588
FIG. 2/3



0023588

FIG. 3/3





Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0023588

EP 80 10 3877.9

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.4)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<p><u>DE - A1 - 2 533 925</u> (DEGUSSA) * Seite 6, letzter Absatz *</p> <p>—</p> <p><u>DE - A1 - 2 702 896</u> (CABOT CORP.) * Seite 20 *</p> <p>—</p> <p><u>DE - A - 2 048 220</u> (CABOT CORP.) * Seite 35 *</p> <p>—</p> <p><u>DE - B - 2 036 124</u> (MICROPORE INSULATION) * Spalte 4, letzter Absatz *</p> <p>—</p> <p><u>EP - A1 - 0 013 387</u> (CONSORTIUM FÜR ELEKTROCHEMISCHE INDUSTRIE) * Seite 3, letzter Absatz *</p> <p>—</p> <p><u>FR - A1 - 2 399 391</u> (NOVATOME INDUSTRIES)</p> <p>-----</p>	1,2	C 01 F 7/30 C 01 B 13/18 C 04 B 35/10 C 04 B 43/00 C 01 G 1/02
A		1,2	RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int. Cl.3)
E		3	C 01 B 13/00 C 01 F 7/00 C 01 G 1/02 C 04 B 35/00 C 04 B 43/00
A			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: In der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
	<p><input checked="" type="checkbox"/></p> <p>Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.</p>		
Recherchenart	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Berlin	31-10-1980	HÖRNER	

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.